

## СИНТЕЗ И СТРОЕНИЕ ПЕНТАФТОРПРОПИОНАТА ТЕТРАФЕНИЛСУРЬМЫ $\text{Ph}_4\text{SbOC}(\text{O})\text{CF}_2\text{CF}_3$

**А.Н. Ефремов**

*Южно-Уральский государственный университет, г. Челябинск, Россия*

По реакциям замещения между пентафенилсурьмой и пентафторпропионой кислотой и по перераспределению лигандов между пентафенилсурьмой и *bis*(пентафторпропионатом) тетрафенилсурьмы получен с выходом до 96 % пентафторпропионат тетрафенилсурьмы. Соединение идентифицировано методом ИК-спектроскопии и рентгеноструктурного анализа (РСА). По данным РСА, атом сурьмы имеет искаженную тригонально-бипирамидальную координацию с атомом кислорода карбоксилатного и атомом углерода фенильного лигандов в апикальных положениях. Все атомы фтора и углерод группы  $\text{CF}_3$  разупорядочены по двум положениям (соотношение вкладов положений в разупорядоченный фрагмент составляет 0,58/0,42). Аксиальный угол  $\text{CSbO}$  составляет  $178,19(1)^\circ$ , сумма экваториальных углов  $\text{CSbC}$  равна  $355,78(14)^\circ$ . Атом сурьмы выходит из экваториальной плоскости  $[\text{C}_3]$  в сторону аксиального атома углерода на  $0,254 \text{ \AA}$ . Плоскости фенильных колец повернуты вокруг связей  $\text{Sb}-\text{C}_{\text{эkv}}$  таким образом, чтобы минимизировать внутри- и межмолекулярные взаимодействия. Среднее значение длин связей  $\text{Sb}-\text{C}_{\text{эkv}}$  составляет  $2,129(4) \text{ \AA}$ , при этом длина связи  $\text{Sb}-\text{C}_{\text{акс}}$  сопоставима с экваториальными и имеет значение  $2,124(3) \text{ \AA}$ . Расстояние  $\text{Sb}-\text{O}$  составляет  $2,325(3) \text{ \AA}$ , что больше суммы ковалентных радиусов сурьмы и кислорода ( $2,07 \text{ \AA}$ ). Характерной особенностью всех карбоксилатов тетраарилсурьмы является наличие внутримолекулярного контакта атома сурьмы с карбонильным атомом кислорода. Данное расстояние  $\text{Sb}\cdots\text{O}=\text{C}$  составляет  $3,492(5) \text{ \AA}$ , что меньше суммы ван-дер-ваальсовых радиусов сурьмы и кислорода ( $3,70 \text{ \AA}$ ). Это взаимодействие приводит к увеличению одного из экваториальных углов, расположенного со стороны внутримолекулярного контакта, до  $122,67(14)^\circ$ . Организация молекул в кристалле обусловлена водородными связями с участием карбонильного атома кислорода. Данные контакты структурируют молекулы в слои, расположенные перпендикулярно кристаллографической оси *b*. Полные таблицы координат атомов, длин связей и валентных углов депонированы в Кембриджском банке структурных данных (№ 1850118; deposit@ccdc.cam.ac.uk или [http://www.ccdc.cam.ac.uk/data\\_request/cif](http://www.ccdc.cam.ac.uk/data_request/cif)).

*Ключевые слова:* пентафенилсурьма, пентафторпропионовая кислота, карбоксилат тетрафенилсурьмы, реакция перераспределения лигандов, реакция замещения, рентгеноструктурный анализ.

### Введение

Достаточно хорошо структурно охарактеризованы соединения пентавалентной сурьмы общей формулы  $\text{At}_4\text{SbX}$  (где X – лиганд, связанный с атомом сурьмы через гетероатом) [1–21]. Наиболее изученными из таких производных сурьмы(V) являются карбоксилаты тетрафенилсурьмы [22–39]. Синтез таких соединений осуществляют по реакциям замещения между кислотами и пентафенилсурьмой [22–24] или галогенидом тетрафенилсурьмы в присутствии акцептора галогеноводорода [25–30], галогенидом тетрафенилсурьмы и солями карбоновых кислот [31]. Также известен менее распространенный способ синтеза по реакции перераспределения лигандов между  $\text{Ph}_5\text{Sb}$  и производными симметричного строения  $\text{Ph}_3\text{SbX}_2$  [32–39].

В настоящей работе впервые по реакциям замещения и перераспределения лигандов синтезирован пентафторпропионат тетрафенилсурьмы и определены его структурные особенности методом рентгеноструктурного анализа.

### Экспериментальная часть

Исходный реагент – пентафенилсурьму получали по методике, описанной в монографии [40]. В работе использовали пентафторпропионовую кислоту производства фирмы «Alfa Aesar».

## Синтез пентафторпропионата тетрафенилсурьмы Ph<sub>4</sub>SbOC(O)CF<sub>2</sub>CF<sub>3</sub> (1)

1. Смесь 200 мг (0,394 ммоль) пентафенилсурьмы и 65 мг (0,394 ммоль) пентафторпропионовой кислоты в 30 мл смеси растворителей бензол-изооктан (2:1 объемн.) оставляли до полного удаления растворителей. После перекристаллизации твердого остатка из смеси этанол-изооктан получили 224 мг (96 %) бледно-желтых кристаллов соединения **1** с т. пл. 135 °С.

2. Смесь 200 мг (0,394 ммоль) пентафенилсурьмы и 268 мг (0,394 ммоль) бис(пентафторпропионата) трифенилсурьмы в 3 мл бензола нагревали в запаянной ампуле на водяной бане при 80 °С в течение часа. После охлаждения к смеси прибавляли 0,5 мл октана и концентрировали раствор до объема 0,5 мл. Выпавшие бледно-желтые кристаллы отфильтровывали и сушили на воздухе. Получили 430 мг (92 %) соединения **1** с т. пл. 135 °С.

ИК-спектр,  $\nu$ , см<sup>-1</sup>: 3105, 3061, 1697, 1577, 1479, 1436, 1377, 1317, 1271, 1211, 1168, 1143, 1070, 1058, 1026, 997, 912, 860, 813, 773, 750, 738, 729, 698, 690, 657, 617, 584, 540, 466, 455, 447, 408.

Найдено, %: С 54,64; Н 3,55. C<sub>27</sub>H<sub>20</sub>O<sub>2</sub>F<sub>5</sub>Sb. Вычислено, %: С 54,66; Н 3,41.

ИК-спектр соединения **1** записывали на ИК-спектрометре Shimadzu IR Affinity-1S в таблетках KBr в области 4000–400 см<sup>-1</sup>.

Элементный анализ на С, Н проведен на Carlo-Erba 1106.

Рентгеноструктурный анализ (РСА) кристалла соединения **1** проведен на дифрактометре D8 QUEST фирмы Bruker (MoK $\alpha$ -излучение,  $\lambda = 0,71073$  Å, графитовый монохроматор) при 296(2) К. Сбор, редактирование данных и уточнение параметров элементарной ячейки, а также учет поглощения проведены по программам SMART и SAINT-Plus [41]. Все расчеты по определению и уточнению структуры выполнены по программам SHELXL/PC [42], OLEX2 [43]. Структура определена прямым методом и уточнена методом наименьших квадратов в анизотропном приближении для неводородных атомов. Кристаллографические данные и результаты уточнения структуры приведены в табл. 1. Полные таблицы координат атомов, длин связей и валентных углов депонированы в Кембриджском банке структурных данных (№1850118; deposit@ccdc.cam.ac.uk или [http://www.ccdc.cam.ac.uk/data\\_request/cif](http://www.ccdc.cam.ac.uk/data_request/cif)).

Таблица 1

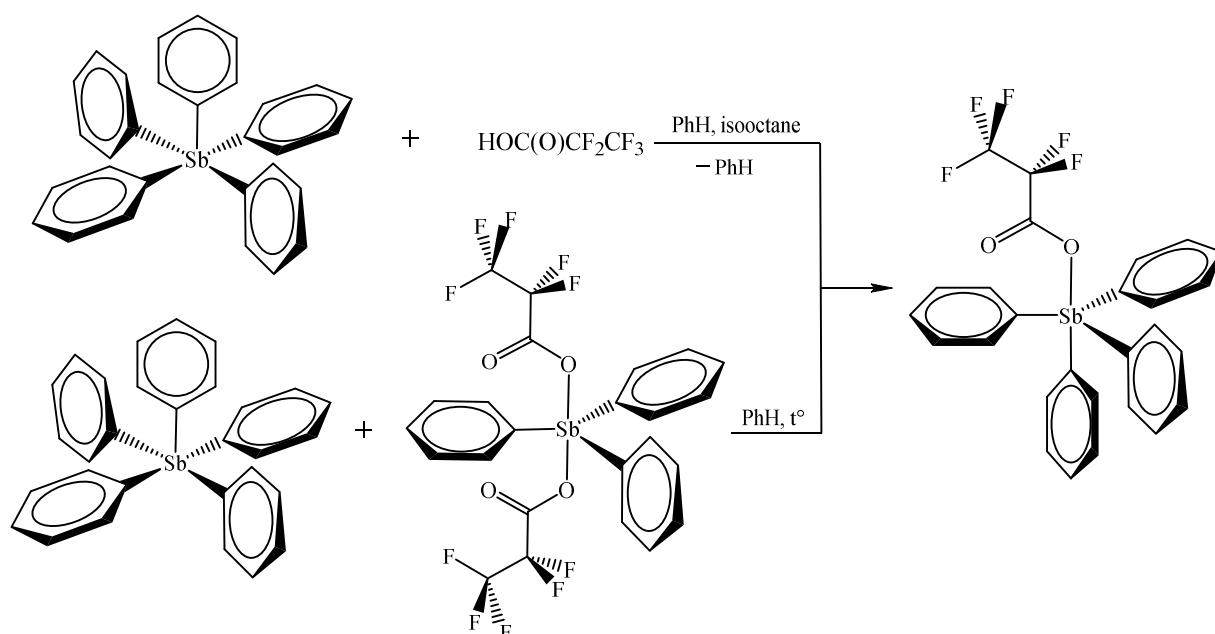
Кристаллографические данные, параметры эксперимента и уточнения структуры **1**

Параметр	<b>1</b>
<i>M</i>	593,18
Сингония	Моноклинная
Пр. группа	<i>P2<sub>1</sub>/c</i>
<i>a</i> , Å	10,188(3)
<i>b</i> , Å	27,219(9)
<i>c</i> , Å	10,364(3)
$\alpha$ , град.	90
$\beta$ , град.	118,283(10)
$\gamma$ , град.	90
<i>V</i> , Å <sup>3</sup>	2530,8(13)
<i>Z</i>	4
$\rho$ (выч.), г/см <sup>3</sup>	1,557
$\mu$ , мм <sup>-1</sup>	1,148
<i>F</i> (000)	1176,0
Размер кристалла, мм	0,36 × 0,30 × 0,13
Область сбора данных по 2 $\theta$ , град.	6,332–56,998
Интервалы индексов отражений	$-13 \leq h \leq 13, -36 \leq k \leq 36, -13 \leq l \leq 13$
Измерено отражений	47885
Независимых отражений	6399 ( $R_{\text{int}} = 0,0316$ )
Переменных уточнения	336
<i>GOOF</i>	1,178
<i>R</i> -факторы по $F^2 > 2\sigma(F^2)$	$R_1 = 0,0460, wR_2 = 0,1024$
<i>R</i> -факторы по все отражениям	$R_1 = 0,0542, wR_2 = 0,1055$
Остаточная электронная плотность (max/min), е/Å <sup>3</sup>	0,86/–1,28

## Обсуждение результатов

Известно, что наиболее эффективными методами синтеза карбоксилатов тетраарилсурьмы являются методы, в основе которых лежат реакции замещения и перераспределения лигандов. В первом случае исходными соединениями являются пентаарилсурьма и карбоновая кислота [22–24], во втором – пентаарилсурьма и дикарбоксилат триарилсурьмы [32–39]. Данные методы синтеза одностадийные, характеризуются мягкими условиями протекания реакций, высоким выходом и чистотой целевого продукта.

Синтез пентафторпропионата тетрафенилсурьмы осуществлен по вышеуказанным методам. Реакцию замещения между пентафенилсурьмой и пентафторпропионой кислотой проводили в смеси растворителей бензол–изооктан (2:1 объемн.) при комнатной температуре с последующей перекристаллизацией твердого остатка из смеси этанол–изооктан (2:1 объемн.) для получения кристаллов, пригодных для РСА. Взаимодействие пентафенилсурьмы и бис(пентафторпропионата) трифенилсурьмы осуществляли в бензоле в запаянной ампуле при нагревании на водяной бане с последующим добавлением октана:



Соединение **1** представляет собой кристаллы бледно-желтого цвета с четкой температурой плавления, хорошо растворимые в ароматических углеводородах и полярных растворителях. Строение пентафторпропионата тетрафенилсурьмы подтверждено методами ИК-спектроскопии и рентгеноструктурного анализа.

В ИК-спектре соединения **1** наблюдается интенсивная полоса поглощения валентных колебаний связей Sb–C при 455 см<sup>-1</sup>. Полоса поглощения высокой интенсивности при 1697 см<sup>-1</sup> характеризует валентные колебания карбонильной группы, а полосы при 1211 см<sup>-1</sup> отвечают колебаниям ν(C–O). ИК-спектр также содержит характерные полосы валентных колебаний углеродного скелета фенильных лигандов: 1577, 1479, 1436 см<sup>-1</sup>. Валентным колебаниям связей C<sub>sp</sub>–H отвечает полоса поглощения средней интенсивности при 3061 см<sup>-1</sup>, а внеплоскостным деформационным колебаниям этих же связей – полосы при 738 и 690 см<sup>-1</sup>. Ряд интенсивных полос при 1377, 1317, 1168 и 1143 см<sup>-1</sup> принадлежит валентным колебаниям фрагмента CF<sub>2</sub>CF<sub>3</sub> [44, 45].

По данным РСА, атом сурьмы в соединении **1** имеет искаженную тригонально-бипирамидальную координацию с атомом кислорода карбоксилатного и атомом углерода фенильного лигандов в аксиальных позициях (рис. 1). Все атомы фтора и углерод группы CF<sub>3</sub> разупорядочены по двум положениям. Уточненное соотношение вкладов положений в разупорядоченный фрагмент составляет 0,58/0,42.

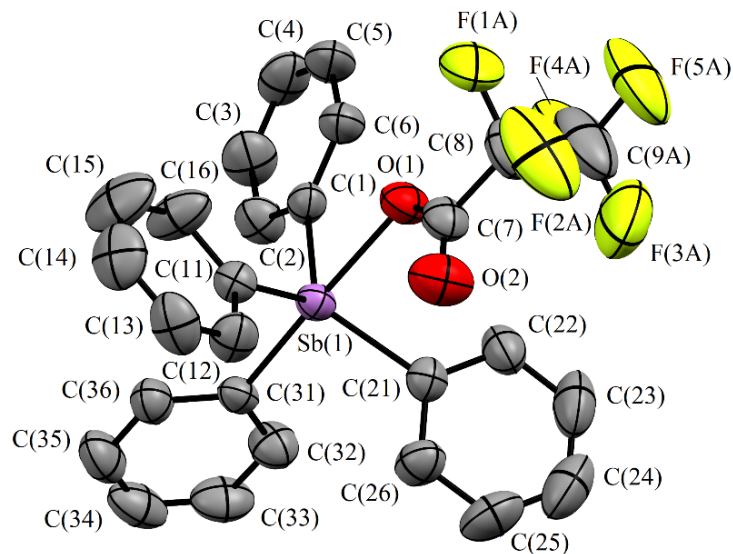


Рис. 1. Строение пентафторпропионата тетрафенилсурьмы (1) (атомы водорода не указаны)

Аксиальный угол CSbO составляет  $178,19(1)^\circ$ , сумма экваториальных углов CSbC равна  $355,78(14)^\circ$ . Значения углов  $O_{\text{акс}}\text{Sb}C_{\text{эkv}}$  меньше  $90^\circ$  ( $82,34(13)^\circ$ ,  $85,32(13)^\circ$ ,  $84,80(13)^\circ$ ), а  $C_{\text{акс}}\text{Sb}C_{\text{эkv}}$  больше  $90^\circ$  ( $95,89(14)^\circ$ ,  $98,21(14)^\circ$ ,  $96,54(14)^\circ$ ). Атом сурьмы выходит из экваториальной плоскости [C(1)C(11)C(21)] в сторону аксиального атома углерода на  $0,254\text{Å}$ . Плоскости фенильных колец повернуты вокруг связей Sb–C<sub>эkv</sub> таким образом, чтобы минимизировать внутри- и межмолекулярные взаимодействия. Двугранные углы между экваториальной плоскостью и плоскостями колец при этом составляют  $6,43^\circ$  [C(11)–C(16)],  $39,32^\circ$  [C(21)–C(26)],  $86,93^\circ$  [C(1)–C(6)]. Отметим, что плоскость кольца C(11)–C(16) компланарна экваториальной плоскости, при этом угол между экваториальной плоскостью и плоскостью кольца C(1)–C(6) приближается к  $90^\circ$ .

Длины связей Sb–C<sub>эkv</sub> в соединении **1** составляют  $2,123(4)$ ,  $2,164(4)$ ,  $2,100(4)$  Å, при этом длина связи Sb–C<sub>акс</sub> сопоставима с экваториальными и имеет значение  $2,124(3)$  Å. Расстояние Sb–O составляет  $2,325(3)$  Å, что больше суммы ковалентных радиусов сурьмы и кислорода ( $2,07$  Å).

Характерной особенностью карбоксилатов тетраарилсурьмы является наличие внутримолекулярного контакта атома сурьмы с карбонильным атомом кислорода [20–39]. Расстояние Sb...O=C в структуре соединения **1** составляет  $3,492(5)$  Å, что меньше суммы ван-дер-ваальсовых радиусов сурьмы и кислорода ( $3,70$  Å) [46]. Данное взаимодействие приводит к увеличению одного из экваториальных углов C(11)Sb(1)C(21) ( $122,67(14)^\circ$ ), расположенного со стороны внутримолекулярного контакта.

Интересно сравнить влияние схожих фторсодержащих карбоксилатных лигандов на основные параметры координационного полиэдра атома сурьмы в карбоксилатах тетрафенилсурьмы. Ранее нами были синтезированы гептафторбутират [33] и 3,3,3-трифторпропионат тетрафенилсурьмы [34]. Выбор именно этих соединений обусловлен увеличением электроноакцепторных свойств карбоксилатных лигандов в ряду  $\text{OC}(\text{O})\text{CH}_2\text{CF}_3 < \text{OC}(\text{O})\text{CF}_2\text{CF}_3 < \text{OC}(\text{O})\text{CF}_2\text{CF}_2\text{CF}_3$ , основные геометрические параметры которых сведены в табл. 2.

Проанализировав данные табл. 2, можно сделать вывод о том, что с увеличением электроноакцепторных свойств лигандов в ряду  $\text{OC}(\text{O})\text{CH}_2\text{CF}_3 < \text{OC}(\text{O})\text{CF}_2\text{CF}_3 < \text{OC}(\text{O})\text{CF}_2\text{CF}_2\text{CF}_3$  закономерно увеличиваются расстояния Sb–O и внутримолекулярные контакты Sb...O=C. Также заметен рост значения аксиального угла OSbC, который приближается к идеальному ( $180^\circ$ ), и экваториального угла напротив контакта Sb...O=C, отклоняющегося от идеального значения  $120^\circ$  на  $2$ – $5^\circ$  при переходе от 3,3,3-трифторпропионатного лиганда к гептафторбутиратному. В этом порядке наблюдается и увеличение расстояний между атомом сурьмы и экваториальной плоскостью [C<sub>3</sub>]. Закономерного изменения длин экваториальных и аксиальных связей Sb–C не наблюдается. Стоит отметить, что при увеличении расстояний Sb...O=C наблюдается увеличение экваториального угла, расположенного напротив этого контакта, а не наоборот.

Таблица 2

## Основные геометрические параметры карбоксилатов тетрафенилсурьмы

OC(O)R	Выход атома Sb из плоскости [C <sub>3</sub> ], Å	max $\angle C_3SbC_3$ , град.	$\angle OSbC_a$ , град.	$d(Sb-O)$ , Å	$d(Sb-C)$ , Å	$d(Sb\cdots O)$ , Å
CH <sub>2</sub> CF <sub>3</sub>	0,209	121,50(8)	173,29(7)	2,255(2)	2,167(2) (акс) 2,109(2) (экв) 2,111(2) (экв) 2,117(2) (экв)	3,414(3)
CF <sub>2</sub> CF <sub>3</sub>	0,254	122,67(14)	178,19(1)	2,325(3)	2,124(3) (акс) 2,100(4) (экв) 2,123(4) (экв) 2,164(4) (экв)	3,492(5)
CF <sub>2</sub> CF <sub>2</sub> CF <sub>3</sub>	0,263	124,47(10)	178,87(8)	2,340(2)	2,154(3) (акс) 2,101(2) (экв) 2,110(3) (экв) 2,120(2) (экв)	3,517(6)

Организация молекул в кристалле соединений **1** обусловлена водородными связями с участием карбонильного атома кислорода. Расстояния  $H\cdots O=C$  составляют 2,52 и 2,55 Å. Данные контакты структурируют молекулы в кристалле в слои, расположенные перпендикулярно кристаллографической оси *b* (рис. 2).

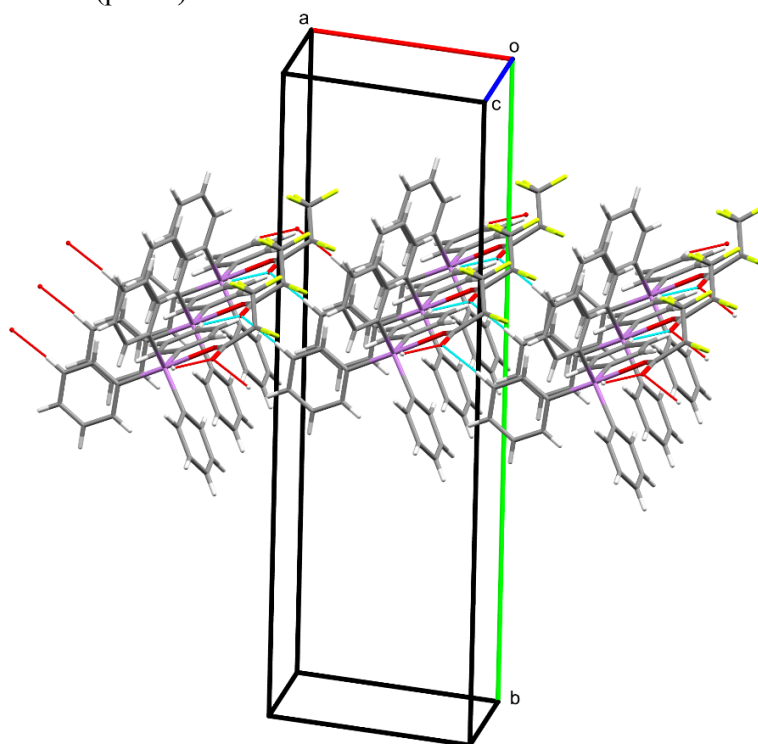


Рис. 2. Упаковка молекул в кристалле соединения **1** (показан только один слой)

### Выводы

Таким образом, в настоящей работе по реакциям замещения и перераспределения лигандов получен с высоким выходом и структурно охарактеризован пентафторпропионат тетрафенилсурьмы. Координационный полиэдр атома сурьмы представляет собой искаженную тригональную бипирамиду с аксиально расположенным карбоксилатным лигандом. Формирование пространственной структуры кристаллов обусловлено образованием

водородных связей с участием карбонильных атомов кислорода, при этом молекулы в кристалле образуют слои.

### Благодарности

Выражаю благодарность профессору В.В. Шарутину за проведенные рентгеноструктурные исследования.

### Литература

1. Cambridge Crystallographic Database. Release 2020. Cambridge.
2. Synthesis, Crystal Structures and in vitro Antitumor Activities of Some Arylantimony Derivatives of Analogues of Demethylcantharimide / G.-C. Wang, J. Xiao, L. Yu et al. // *J. Organomet. Chem.* – 2004. – V. 689, № 9. – P. 1631–1638. DOI: 10.1016/j.jorganchem.2004.02.015.
3. Синтез и строение цианамида тетрафенилсурьмы / И.В. Егорова, В.В. Жидков, И.П. Гринишак и др. // *Журн. общей химии.* – 2014. – Т. 84, № 7. – С. 1176–1178.
4. Synthesis, Crystal Structures and in vitro Antitumor Activities of Some Organoantimony Arylhydroxamates / G.-C. Wang, Y.-N. Lu, J. Xiao et al. // *J. Organomet. Chem.* – 2005. – V. 690, № 1. – P. 151–156. DOI: 10.1016/j.jorganchem.2004.09.002.
5. Spectroscopic and Crystal Structure Data of the Alkali-, Thallium (I) and Onic-salts of Dimethyl-N-trichloroacetylamidophosphate / V.A. Trush, K.E. Gubina, V.M. Amirkhanov et al. // *Polyhedron.* – 2005. – V. 24, № 9. – P. 1007–1014. DOI: 10.1016/j.poly.2005.01.023.
6. Structure and Dynamic Behavior of Neutral Hexacoordinate Antimony Compounds with Intramolecular Coordination / H. Yamamichi, S. Matsukawa, S. Kojima et al. // *Heteroat. Chem.* – 2011. – V. 22, № 3–4. – P. 553–561. DOI: 10.1002/hc.20721.
7. Synthesis, Characterization and Structure of Some Arylantimony Ferrocenylacrylates / J.-S. Li, R.-C. Liu, X.-B. Chi et al. // *Inorg. Chim. Acta.* – 2004. – V. 357, № 7. – P. 2176–2180. DOI: 10.1016/j.ica.2003.12.012.
8. Синтез, структурное и MAS ЯМР ( $^{13}\text{C}$ ,  $^{15}\text{N}$ ) спектральное исследование комплексов тетрафенилсурьмы с N,N-диалкилдитиокарбаматными лигандами: проявление канформационной изомерии / А.В. Иванов, А.П. Пакузина, М.А. Иванов и др. // *Докл. акад. наук СССР.* – 2005. – Т. 401, № 5. – С. 643–647.
9. Establishing the Coordination Chemistry of Antimony(V) Cations: Systematic Assessment of  $\text{Ph}_4\text{Sb}(\text{OTf})$  and  $\text{Ph}_3\text{Sb}(\text{OTf})_2$  as Lewis Acceptors / A.P.M. Robertson, S.S. Chitnis, H.A. Jenkins et al. // *Chem. – Eur. J.* – 2015. – V. 21, № 21. – P. 7902–7913. DOI: 10.1002/chem.201406469.
10. Influence of the Catalyst Structure in the Cycloaddition of Isocyanates to Oxiranes Promoted by Tetraarylstibonium Cations / M. Yang, N. Pati, G. Belanger-Chabot et al. // *Dalton Trans.* – 2018. – V. 47. – P. 11843–11850. DOI: 10.1039/C8DT00702K.
11. Tetraphenylantimony(V) 2-Isonitroso-2-(4-methylthiazolyl-2)acetamide: Synthesis, Crystal Structure, and Molecular Structure / K.V. Domasevich, V.V. Skopenko, R. Kempe et al. // *Russ. J. Inorg. Chem.* – 1998. – V. 43, № 2. – P. 192–195.
12. Шарутин, В.В. Синтез и строение сольвата 1,2-дифенилэтандиондиоксимата бис(тетрафенилсурьмы) с толуолом  $\text{Ph}_4\text{SbONC}(\text{Ph})\text{C}(\text{Ph})\text{ONSbPh}_4 \cdot 2\text{PhCH}_3$  и 1,2-дифенил(2-окси)этанондиоксимата тетрафенилсурьмы  $\text{Ph}_4\text{SbONC}(\text{Ph})\text{CH}(\text{Ph})\text{OH}$  / В.В. Шарутин, О.В. Молокова, О.К. Шарутина // *Журн. неорг. химии.* – 2013. – Т. 58, № 4. – С. 460–467. DOI: 10.7868/S0044457X13040181.
13. Syntheses, Characterizations and Crystal Structures of New Organoantimony(V) Complexes with Heterocyclic (S, N) Ligand / C. Ma, Q. Zhang, J. Sun et al. // *J. Organomet. Chem.* – 2006. – V. 691, № 11. – P. 2567–2574. DOI: 10.1016/j.jorganchem.2006.01.049.
14. Synthesis of Two Tetraphenylantimony Complexes of Pyridine-N-oxides; Crystal Structure of Tetraphenylantimony (2-Mercaptopyridine-N-oxide) / G.M. Arvanitis, M.E. Berardini, T.B. Acton et al. // *Phosphorus, Sulfur Silicon, Relat. Elem.* – 1993. – V. 82, № 1–4. – P. 127–135. DOI: 10.1080/10426509308047416.
15. *Ortho*-metallation of a Phenyl Ring with Antimony(V) / N. Dinsdale, J.C. Jeffrey, R.J. Kilby et al. // *Inorg. Chim. Acta.* – 2007. – V. 360, № 1. – P. 418–420. DOI: 10.1016/j.ica.2006.07.091.

16. Perrin, C.L. Symmetry of Metal Chelates / C.L. Perrin, Y.-J. Kim // *Inorg. Chem.* – 2000. – V. 39, № 17. – P. 3902–3910. DOI: 10.1021/ic000382+.
17. Pan, B.  $[Sb(C_6F_5)_4][B(C_6F_5)_4]$ : An Air Stable, Lewis Acidic Stibonium Salt That Activates Strong Element-Fluorine Bonds / B. Pan, F.P. Gabbai // *J. Am. Chem. Soc.* – 2014. – V. 136, № 27. – P. 9564–9567. DOI: 10.1021/ja505214m.
18. Шарутин, В.В. Синтез и строение пропиолатов три- и тетрафенилсурьмы / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, В.С. Сенчурин // *Коорд. химия.* – 2014. – Т. 40, № 2. – С. 108–112. DOI: 10.7868/S0132344X14020108.
19. Domasevitch, K.V. Organoantimony(V) Cyanoximates: Synthesis, Spectra and Crystal Structures / K.V. Domasevitch, N.N. Gerasimchuk, A. Mokhir // *Inorg. Chem.* – 2000. – V. 39, № 6. – P. 1227–1237. DOI: 10.1021/ic9906048.
20. Шарутин, В.В. Синтез и строение ароксидов тетрафенилсурьмы  $Ph_4SbOAr$  ( $Ar = C_6H_4C_6H_7$ ,  $C_6H_2(Br_2-2,6)(mpet-Bu-4)$ ,  $C_6H_3(NO_2)_2-2,4$ ,  $C_6H_2(Br_2-2,6)(NO_2-4)$ ) / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, В.С. Сенчурин // *Журн. неорг. химии.* – 2017. – Т. 62, № 3. – С. 290–295. DOI: 10.7868/S0044457X17030151.
21. Шарутин, В.В. Новый способ получения ароксидов хлоротрифенилсурьмы  $Ph_3SbCl(OAr)$  / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, В.С. Сенчурин // *Коорд. химия.* – 2016. – Т. 42, № 1. – С. 34–38. DOI: 10.7868/S0132344X15120075.
22. Dihydroxybenzoic Acids as Polydentate Ligands in Phenylantimony (V) Complexes / V.V. Sharutin, O.K. Sharutina, Y.O. Gubanova et al. // *Inorg. Chim. Acta.* – 2019. – V. 494. – P. 211–215. DOI: 10.1016/j.ica.2019.05.029
23. Bone, S.P. The Crystal Structures of Tetraphenylantimony Acetate and Its / S.P. Bone, D.B. Sowerby // *Phosphorus, Sulfur Silicon, Relat. Elem.* – 1989. – V. 45, № 1–2. – P. 23–29. DOI: 10.1080/10426508908046072
24. Синтез и строение ниацината тетрафенилсурьмы / В.В. Шарутин, А.П. Пакусина, Т.П. Платонова и др. // *Журн. общ. химии.* – 2004. – Т. 74, № 2. – С. 234–237.
25. Synthesis, Characterizations and Crystal Structures of New Organoantimony(V) Complexes with Various Isomers of Fluoromethylbenzoate Ligands / H.-D. Yin, L.-Y. Wen, J.-C. Cui et al. // *Polyhedron.* – 2009. – V. 28, № 14. – P. 2919–2926. DOI: 10.1016/j.poly.2009.06.065.
26. Synthesis, Characterization and Crystal Structures of Tri- and Tetraphenylantimony(V) Compounds Containing Arylcarbonyloxy Moiety / L. Quan, H.-D. Yin, J.-C. Cui et al. // *J. Organomet. Chem.* – 2009. – V. 694, № 23. – P. 3708–3717. DOI: 10.1016/j.jorganchem.2009.07.040.
27. New Organoantimony Complexes with the Isomers of Chlorophenylacetic Acid: Syntheses, Characterizations and Crystal Structures of 1D Polymeric Chain, 2D Network Structure and 3D Framework / L.-Y. Wen, H.-D. Yin, W.-K. Li et al. // *Inorg. Chim. Acta.* – 2010. – V. 363, № 4. – P. 676–684. DOI: 10.1016/j.ica.2009.11.022.
28. Synthesis, Characterization and *in vitro* Antitumor Activity of Some Arylantimony Ferrocene-carboxylates and Crystal Structures of  $C_5H_5FeC_5H_4CO_2SbPh_4$  and  $(C_5H_5FeC_5H_4CO_2)_2Sb(4-CH_3C_6H_4)_3$  / R.-C. Liu, Y.-Q. Ma, L. Yu et al. // *Appl. Organomet. Chem.* – 2003. – V. 17, № 9. – P. 662–668. DOI: 10.1002/aoc.491.
29. Synthesis and *in vitro* Antitumor Activity of Some Tetraphenylantimony Derivatives of *exo*-7-Oxa-bicyclo[2,2,1]heptane(ene)-3-arylamide-2-acid / J.-S. Li, Y.-Q. Ma, J.-R. Cui et al. // *Appl. Organomet. Chem.* – 2001. – V. 15, № 7. – P. 639–645. DOI: 10.1002/aoc.200.
30. Synthesis and Crystal Structure of Dinuclear Tetraphenylantimony Carboxylate Derivatives Based on Different Coordination Modes / L. Quan, H. Yin, J. Cui, et al. // *J. Organomet. Chem.* – 2009. – V. 694, № 23. – P. 3683–3687. DOI: 10.1016/j.jorganchem.2009.07.041.
31. Millington, P.M. Phenylantimony(V) Oxalates: Isolation and Crystal Structures of  $[SbPh_4][SbPh_2(ox)_2]$ ,  $[SbPh_3(OMe)_2]ox$  and  $(SbPh_4)_2ox$  / P.M. Millington, D.B. Sowerby // *J. Chem. Soc., Dalton Trans.* – 1992. – V. 7. – P. 1199–1204. DOI: 10.1039/DT9920001199.
32. Термохимические свойства  $Ph_4Sb(OC(O)C_{10}H_{15})$  и  $Ph_3Sb(OC(O)C_{10}H_{15})_2$  / Д.В. Лякаев, А.В. Маркина, Е.В. Хабарова и др. // *Журн. физ. химии.* – 2018. – Т. 92, № 9. – С. 1384–1389. DOI 10.1134/S0044453718090170.

33. Синтез и строение 3,3,3-трифторпропанатов три- и тетрафенилсурьмы / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, А.Н. Ефремов и др. // Журн. неорг. химии. – 2019. – Т. 64, № 10. – С. 1051–1056. DOI: 10.1134/S0044457X19100131.
34. Фторсодержащие карбоксилаты тетраарилсурьмы. Синтез и строение / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, А.Н. Ефремов и др. // Журн. неорг. химии. – 2020. – Т. 65, № 4. – С. 482–486. DOI: 10.31857/S0044457X20040170.
35. Синтез фторбензоатов тетра- и триарилсурьмы / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, Е.А. Бондарь и др. // Журн. общ. химии. – 2002. – Т. 72, № 3. – С. 419–420.
36. Синтез и строение пентафторбензоата тетрафенилсурьмы и нитрата тетра-*n*-толилсурьмы / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, Е.А. Бондарь и др. // Коорд. химия. – 2001. – Т. 27, № 6. – С. 423–427.
37. Синтез и строение фторбензоатов тетра- и триарилсурьмы / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, Е.А. Бондарь, А.П. Пакузина и др. // Коорд. химия. – 2002. – Т. 28, № 5. – С. 356–363.
38. Синтез и строение феноксиацетата и этилмалоната тетрафенилсурьмы  $\text{Ph}_4\text{SbOC(O)R}$  [ $\text{R} = \text{CH}_2\text{OPh}$ ,  $\text{CH}_2\text{C(O)OC}_2\text{H}_5$ ] / В.В. Шарутин, А.П. Пакузина, О.П. Задачаина и др. // Коорд. химия. – 2004. – Т. 30, № 6. – С. 426–431.
39. Синтез и строение 1-адамантанкарбоксилата тетрафенилсурьмы и бис(1-адамантанкарбоксилата) трифенилсурьмы / В.В. Шарутин, В.С. Сенчуринов, О.К. Шарутина и др. // Журн. общ. химии. – 2009. – Т. 79, № 10. – С. 1636–1643.
40. Кочешков, К.А. Методы элементоорганической химии. Сурьма, висмут / К.А. Кочешков, А.П. Сколдинов, Н.Н. Землянский. – М.: Наука, 1976. – 483 с.
41. Bruker. SMART and SAINT-Plus. Versions 5.0. Data Collection and Processing Software for the SMART System. Bruker AXS Inc., Madison, Wisconsin, USA, 1998.
42. Bruker. SHELXTL/PC. Versions 5.10. An Integrated System for Solving, Refining and Displaying Crystal Structures From Diffraction Data. Bruker AXS Inc., Madison, Wisconsin, USA, 1998.
43. OLEX2: Complete Structure Solution, Refinement and Analysis Program / O.V. Dolomanov, L.J. Bourhis, R.J. Gildea et al. // J. Appl. Cryst. – 2009. – V. 42. – P. 339–341. DOI: 10.1107/S0021889808042726.
44. Тарасевич, Б.Н. ИК-спектры основных классов органических соединений / Б.Н. Тарасевич. – М.: МГУ, 2012. – 54 с.
45. Инфракрасная спектроскопия органических и природных соединений: учебное пособие / А.В. Васильев, Е.В. Гриненко, А.О. Щукин и др. – СПб.: СПбГЛТА, 2007. – 54 с.
46. Бацанов, С.С. Атомные радиусы элементов / С.С. Бацанов // Журн. неорганической химии. – 1991. – Т. 36, № 12. – С. 3015–3037.

**Ефремов Андрей Николаевич** – аспирант, кафедра теоретической и прикладной химии, Южно-Уральский государственный университет. 454080, г. Челябинск, проспект Ленина, 76. E-mail: efremov\_an94@mail.ru

*Поступила в редакцию 23 марта 2020 г.*



## SYNTHESIS AND STRUCTURE OF TETRAPHENYLANTIMONY PENTAFLUOROPROPIONATE $Ph_4SbOC(O)CF_2CF_3$

A.N. Efremov, efremov\_an94@mail.ru  
South Ural State University, Chelyabinsk, Russian Federation

Tetraphenylantimony pentafluoropropionate has been obtained by the substitution reaction between pentaphenylantimony and pentafluoropropionic acid and by the ligand redistribution reaction between pentaphenylantimony and triphenylantimony *bis*(pentafluoropropionate) with a yield up to 96 %. The compound has been identified by IR spectroscopy and X-ray diffraction analysis. According to the X-ray diffraction data, the antimony atom has a distorted trigonal-bipyramidal coordination with the oxygen atom of the carboxylate ligand and the carbon atom of the phenyl ligand in apical positions. All fluorine atoms and the carbon atom of the  $CF_3$  group are disordered in two positions (the ratio of the contributions of the positions to the disordered fragment is 0.58/0.42). The CSbO axial angle is  $178.19(1)^\circ$ ; the sum of the CSbC equatorial angles is  $355.78(14)^\circ$ . The antimony atom is out of the  $[C_3]$  equatorial plane towards the axial carbon atom at 0.254 Å. The planes of the phenyl rings are rotated around the Sb–C<sub>e</sub> bonds so that to minimize intra- and intermolecular interactions. The average Sb–C<sub>e</sub> bond length is 2.129(4) Å, while the Sb–C<sub>a</sub> bond length is comparable to the equatorial bond length and has the value of 2.124(3) Å. The Sb–O distance is 2.325(3) Å, which is greater than the sum of the covalent radii of antimony and oxygen atoms (2.07 Å). A characteristic feature of all tetraarylantimony carboxylates is the presence of an intramolecular contact between the antimony atom and the carbonyl oxygen atom. This Sb...O=C distance is 3.492(5) Å, which is less than the sum of the van der Waals radii of antimony and oxygen atoms (3.70 Å). This interaction leads to an increase up to  $122.67(14)^\circ$  in one of the equatorial angles located on the side of the intramolecular contact. The organization of molecules in the crystal is due to hydrogen bonds involving a carbonyl oxygen atom. These contacts structure the molecules into layers that are perpendicular to the crystallographic axis *b*. Complete tables of atom coordinates, bond lengths and valence angles are deposited at the Cambridge Crystallographic Data Center (No. 1850118; deposit@ccdc.cam.ac.uk or [http://www.ccdc.cam.ac.uk/data\\_request/cif](http://www.ccdc.cam.ac.uk/data_request/cif)).

*Keywords:* pentaphenylantimony, pentafluoropropionic acid, tetraphenylantimony carboxylate, ligand redistribution reaction, substitution reaction, X-ray diffraction analysis.

### References

1. Cambridge Crystallographic Database. Release 2020. Cambridge.
2. Wang G.-C., Xiao J., Yu L., Li J.-S., Cui J.-R., Wang R.-Q., Ran F.-X. Synthesis, Crystal Structures and in vitro Antitumor Activities of Some Arylantimony Derivatives of Analogues of Demethylcantharimide. *J. Organomet. Chem.*, 2004, vol. 689, no. 9, pp. 1631–1638. DOI: 10.1016/j.jorganchem.2004.02.015.
3. Egorova I.V., Zhidkov V.V., Grinishak I.P., Rakhanskii A.A. Synthesis and Structure of Tetraphenylantimony Cyanamide. *Russ. J. Gen. Chem.*, 2014, vol. 84, no. 7, pp. 1371–1373. DOI: 10.1134/S1070363214070214.
4. Wang G.-C., Lu Y.-N., Xiao J., Yu L., Song H.-B., Li J.-S., Cui J.-R., Wang R.-Q., Ran F.-X. Synthesis, Crystal Structures and in vitro Antitumor Activities of Some Organoantimony Arylhydroxamates. *J. Organomet. Chem.*, 2005, vol. 690, no. 1, pp. 151–156. DOI: 10.1016/j.jorganchem.2004.09.002.
5. Trush V.A., Gubina K.E., Amirkhanov V.M., Swiatek-Kozłowska J., Domasevitch K.V. Spectroscopic and Crystal Structure Data of the Alkali-, Thallium (I) and Onic-salts of Dimethyl-N-trichloroacetylamidophosphate. *Polyhedron*, 2005, vol. 24, no. pp. 1007–1014.
6. Yamamichi H., Matsukawa S., Kojima S., Ando K., Yamamoto Y. Structure and Dynamic Behavior of Neutral Hexacoordinate Antimony Compounds with Intramolecular Coordination. *Heteroat. Chem.*, 2011, vol. 22, no. 3–4, pp. 553–561. DOI: 10.1002/hc.20721.
7. Li J.-S., Liu R.-C., Chi X.-B., Wang G.-C., Guo Q.-S. Synthesis, Characterization and Structure of Some Arylantimony Ferrocenylacrylates. *Inorg. Chim. Acta*, 2004, vol. 357, no. 7, pp. 2176–2180. DOI: 10.1016/j.ica.2003.12.012.

8. Ivanov A.V., Pakusina A.P., Ivanov M.A., Sharutin V.V., Gerasimenko A.V., Anzutkin O.N., Grobner G., Forsling W. [Synthesis, Structural and MAS NMR ( $^{13}\text{C}$ ,  $^{15}\text{N}$ ) Studies of Tetraphenylantimony Complexes with N,N-Dialkyldithiocarbamate Ligands: a Phenomenon of Conformational Isomerism]. *Doklady Akademii Nauk SSSR*, 2005, vol. 401, no. 5, pp. 643–647. (in Russ.)
9. Robertson A.P.M., Chitnis S.S., Jenkins H.A., McDonald R., Ferguson M.J., Burford N. Establishing the Coordination Chemistry of Antimony(V) Cations: Systematic Assessment of  $\text{Ph}_4\text{Sb}(\text{OTf})$  and  $\text{Ph}_3\text{Sb}(\text{OTf})_2$  as Lewis Acceptors. *Chem. – Eur. J.*, 2015, vol. 21, no. 21, pp. 7902–7913. DOI: 10.1002/chem.201406469.
10. Yang M., Pati N., Belanger-Chabot G., Hirai M., Gabbai F.P. Influence of the Catalyst Structure in the Cycloaddition of Isocyanates to Oxiranes Promoted by Tetraarylstibonium Cations. *Dalton Trans.*, 2018, vol. 47, pp. 11843–11850. DOI: 10.1039/C8DT00702K.
11. Domasevich K.V., Skopenko V.V., Kempe R., Mokhir A.A., Sieler J., Hoyer E. Tetraphenylantimony(V) 2-Isonitroso-2-(4-methylthiazolyl-2)acetamide: Synthesis, Crystal Structure, and Molecular Structure. *Russ. J. Inorg. Chem.*, 1998, vol. 43, no. 2, pp. 192–195.
12. Sharutin V.V., Molokova O.V., Sharutina O.K. Synthesis and Structure of Bis(tetraphenylantimony) 1,2-diphenylethanedione dioximate toluene solvate  $\text{Ph}_4\text{SbONC}(\text{Ph})\text{C}(\text{Ph})\text{ONSbPh}_4 \cdot 2\text{PhCH}_3$  and Tetraphenylantimony 2-hydroxy-1,2-diphenylethano-neoximate  $\text{Ph}_4\text{SbONC}(\text{Ph})\text{CH}(\text{Ph})\text{OH}$ . *Russ. J. Inorg. Chem.*, 2013, vol. 58, no. 4, pp. 400–405. DOI: 10.1134/S0036023613040177.
13. Ma C., Zhang Q., Sun J., Zhang R. Syntheses, Characterizations and Crystal Structures of New Organoantimony(V) Complexes with Heterocyclic (S, N) Ligand. *J. Organomet. Chem.*, 2006, vol. 691, no. 11, pp. 2567–2574. DOI: 10.1016/j.jorganchem.2006.01.049.
14. Arvanitis G.M., Berardini M.E., Acton T.B., Dumas P.E. Synthesis of Two Tetraphenylantimony Complexes of Pyridine-N-oxides; Crystal Structure of Tetraphenylantimony (2-Mercaptopyridine-N-oxide). *Phosphorus, Sulfur Silicon, Relat. Elem.*, 1993, vol. 82, no. 1–4, pp. 127–135. DOI: 10.1080/10426509308047416.
15. Dinsdale N., Jeffrey J.C., Kilby R.J., Mansell S.M., Presly O.C., Russell C.A. *Ortho*-metallation of a Phenyl Ring with Antimony(V). *Inorg. Chim. Acta*, 2007, vol. 360, no. 1, pp. 418–420. DOI: 10.1016/j.ica.2006.07.091.
16. Perrin C.L., Kim Y.-J. Symmetry of Metal Chelates. *Inorg. Chem.*, 2000, vol. 39, no. 17, pp. 3902–3910. DOI: 10.1021/ic000382+.
17. Pan B., Gabbai F.P.  $[\text{Sb}(\text{C}_6\text{F}_5)_4][\text{B}(\text{C}_6\text{F}_5)_4]$ : An Air Stable, Lewis Acidic Stibonium Salt That Activates Strong Element-Fluorine Bonds. *J. Am. Chem. Soc.*, 2014, vol. 136, no. 27, pp. 9564–9567. DOI: 10.1021/ja505214m.
18. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Senchurin V.S. Tri- and Tetraphenylantimony Propiolates: Syntheses and Structures. *Russ. J. Coord. Chem.*, 2014, vol. 40, no. 2, pp. 109–114. DOI: 10.1134/S1070328414020109.
19. Domasevich K.V., Gerasimchuk N.N., Mokhir A. Organoantimony(V) Cyanoximates: Synthesis, Spectra and Crystal Structures. *Inorg. Chem.*, 2000, vol. 39, no. 6, pp. 1227–1237. DOI: 10.1021/ic9906048.
20. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Senchurin V.S. Tetraphenylantimony Aroxides  $\text{Ph}_4\text{SbOAr}$  (Ar =  $\text{C}_6\text{H}_4\text{C}_6\text{H}_7$ ,  $\text{C}_6\text{H}_2(\text{Br}_2-2,6)(\text{tert-Bu}-4)$ ,  $\text{C}_6\text{H}_3(\text{NO}_2)_2-2,4$ ,  $\text{C}_6\text{H}_2(\text{Br}_2-2,6)(\text{NO}_2-4)$ ): Synthesis and Structure. *Russ. J. Inorg. Chem.*, 2017, vol. 62, no. 3, pp. 295–300. DOI: 10.1134/S0036023617030147.
21. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Senchurin V.S. New Preparation Method of Chlorotriphenylantimony Aryloxides  $\text{Ph}_3\text{SbCl}(\text{OAr})$ . *Russ. J. Coord. Chem.*, 2016, vol. 42, no. 1, pp. 32–36. DOI: 10.1134/S1070328415120076.
22. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Gubanov Y.O., Eltsov O.S. Dihydroxybenzoic Acids as Polydentate Ligands in Phenylantimony (V) Complexes. *Inorg. Chim. Acta.*, 2019, vol. 494, pp. 211–215. DOI: 10.1016/j.ica.2019.05.029.
23. Bone S.P., Sowerby D.B. The Crystal Structures of Tetraphenylantimony Acetate and Its. *Phosphorus, Sulfur Silicon, Relat. Elem.*, 1989, vol. 45, no. 1–2, pp. 23–29. DOI: 10.1080/10426508908046072.

24. Sharutin V.V., Pakusina A.P., Platonova T.P., Sharutina O.K., Gerasimenko A.V., Popov D.Yu., Pushilin M.A. Synthesis and Structure of Tetraphenylantimony Nicotinate. *Russ. J. Gen. Chem.*, 2004, vol. 74, no. 2, pp. 207–210. DOI: 10.1023/B:RUGC.0000025501.29625.ff.
25. Yin H.-D., Wen L.-Y., Cui J.-C., Li W.-K. Synthesis, Characterizations and Crystal Structures of New Organoantimony(V) Complexes with Various Isomers of Fluoromethylbenzoate Ligands. *Polyhedron*, 2009, vol. 28, no. 14, pp. 2919–2926. DOI: 10.1016/j.poly.2009.06.065.
26. Quan L., Yin H.-D., Cui J.-C., Hong M., Wang D.-Q. Synthesis, Characterization and Crystal Structures of Tri- and Tetraphenylantimony(V) Compounds Containing Arylcarbonyloxy Moiety. *J. Organomet. Chem.*, 2009, vol. 694, no. 23, pp. 3708–3717. DOI: 10.1016/j.jorganchem.2009.07.040.
27. Wen L.-Y., Yin H.-D., Li W.-K., Wang D.-Q. New Organoantimony Complexes with the Isomers of Chlorophenylacetic Acid: Syntheses, Characterizations and Crystal Structures of 1D Polymeric Chain, 2D Network Structure and 3D Framework. *Inorg. Chim. Acta*, 2010, vol. 363, no. 4, pp. 676–684. DOI: 10.1016/j.ica.2009.11.022.
28. Liu R.-C., Ma Y.-Q., Yu L., Li J.-S., Cui J.-R., Wang R.-Q. Synthesis, Characterization and *in vitro* Antitumor Activity of Some Arylantimony Ferrocenecarboxylates and Crystal Structures of  $C_5H_5FeC_5H_4CO_2SbPh_4$  and  $(C_5H_5FeC_5H_4CO_2)_2Sb(4-CH_3C_6H_4)_3$ . *Appl. Organomet. Chem.*, 2003, vol. 17, no. 9, pp. 662–668. DOI: 10.1002/aoc.491.
29. Li J.-S., Ma Y.-Q., Cui J.-R., Wang R.-Q. Synthesis and *in vitro* Antitumor Activity of Some Tetraphenylantimony Derivatives of *exo*-7-Oxa-bicyclo[2,2,1]heptane(ene)-3-arylamide-2-acid. *Appl. Organomet. Chem.*, 2001, vol. 15, no. 7, pp. 639–645. DOI: 10.1002/aoc.200.
30. Quan L., Yin H., Cui J., Hong M., Cui L., Yang M., Wang D. Synthesis and Crystal Structure of Dinuclear Tetraphenylantimony Carboxylate Derivatives Based on Different Coordination Modes. *J. Organomet. Chem.*, 2009, vol. 694, no. 23, pp. 3683–3687. DOI: 10.1016/j.jorganchem.2009.07.041.
31. Millington P.M., Sowerby D.B. Millington, P.M. Phenylantimony(V) Oxalates: Isolation and Crystal Structures of  $[SbPh_4][SbPh_2(ox)_2]$ ,  $[SbPh_3(OMe)_2]ox$  and  $(SbPh_4)_2ox$ . *J. Chem. Soc., Dalton Trans.*, 1992, vol. 7, pp. 1199–1204. DOI: 10.1039/DT9920001199.
32. Lyakaev D.V., Markina A.V., Khabarova E.V., Smirnova N.N., Knyazev A.V., Sharutin V.V., Sharutina O.K. Thermochemical Properties of  $Ph_4Sb(OC(O)C_{10}H_{15})$  and  $Ph_3Sb(OC(O)C_{10}H_{15})_2$ . *Russ. J. Phys. Chem.*, 2018, vol. 92, no. 9, pp. 1659–1633. DOI: 10.1134/S0036024418090170.
33. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Efremov A.N., Artem'eva E.V. Tri- and Tetraphenylantimony 3,3,3-Trifluoropropanates: Synthesis and Structure. *Russ. J. Inorg. Chem.*, 2019, vol. 64, no. 10, pp. 1229–1234. DOI: 10.1134/S0036023619100139
34. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Efremov A.N., Artem'eva E.V. Fluorine-Containing Tetraarylantimony Carboxylates: Synthesis and Structure. *Russ. J. Inorg. Chem.*, 2020, vol. 65, no. 4, pp. 502–506. DOI: 10.1134/S0036023620040178.
35. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Bondar' E.V., Pakusina A.P., Adonin N.Yu., Starichenko V.F. Synthesis of Tetra- and Triarylantimony Fluorobenzoates. *Russ. J. Gen. Chem.*, 2002, vol. 72, no. 3, pp. 390–391. DOI: 10.1023/A:1015439500222.
36. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Bondar' E.A., Pakusina A.P., Adonin N.Yu., Starichenko V.F., Fukin G.K., Zakharov L.N. Tetraphenylantimony Pentafluorobenzoate and Tetra-*p*-Tolylantimony Nitrate: Syntheses and Structures. *Russ. J. Coord. Chem.*, 2001, vol. 27, no. 6, pp. 393–397. DOI: 10.1023/A:1011335724711.
37. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Bondar' E.A., Pakusina A.P., Gatilov Yu.V., Adonin N.Yu., Starichenko V.F. Tetra- and Triarylantimony Fluorobenzoates: Synthesis and Structures. *Russ. J. Coord. Chem.*, 2002, vol. 28, no. 5, pp. 333–340. DOI: 10.1023/A:1015517216693.
38. Sharutin V.V., Pakusina A.P., Zadachina O.P., Sharutina O.K., Gerasimenko A.V., Pushilin M.A. Synthesis and Structure of Tetraphenylantimony Phenoxyacetate and Ethylmalonate  $Ph_4SbOC(O)R$  ( $R = CH_2OPh$  and  $CH_2C(O)OC_2H_5$ ). *Russ. J. Coord. Chem.*, 2004, vol. 30, no. 6, pp. 397–402. DOI: 10.1023/B:RUCO.0000030159.74150.a1.
39. Sharutin V.V., Senchurin V.S., Sharutina O.K., Pakusina A.P., Smirnova S.A. Synthesis and Structure of Tetraphenylantimony 1-Adamantanecarboxylate and Triphenylantimony *Bis*(1-adamantanecarboxylate). *Russ. J. Gen. Chem.*, 2009, vol. 79, no. 10, pp. 2131–2138. DOI: 10.1134/S1070363209100107.

## Химия элементоорганических соединений

---

40. Kocheshkov K.A., Skoldinov A.P., Zemlyansky N.N. *Metody elementoorganicheskoy khimii. Sur'ma, vismut* [Methods of the Organometallic Chemistry. Antimony, Bismuth]. Moscow: Nauka, 1976. 483 p.
41. Bruker. SMART and SAINT-Plus. Versions 5.0. Data Collection and Processing Software for the SMART System. Bruker AXS Inc., Madison, Wisconsin, USA, 1998
42. Bruker. SHELXTL/PC. Versions 5.10. An Integrated System for Solving, Refining and Displaying Crystal Structures from Diffraction Data. Bruker AXS Inc., Madison, Wisconsin, USA, 1998.
43. Dolomanov O.V., Bourhis L.J., Gildea R.J., Howard J.A.K., Puschmann H. OLEX2: a Complete Structure Solution, Refinement and Analysis Program. *J. Appl. Cryst.*, 2009, vol. 42, pp. 339–341. DOI: 10.1107/S0021889808042726.
44. Tarasevich B.N. *ИК спектры основных классов органических соединений* [IR Spectra of the Main Classes of Organic Compounds]. Moscow, MGU, 2012. 54 p.
45. Vasil'ev A.V., Grinenko E.V., Schukin A.O., Fedulina T.G. *Инфракрасная спектроскопия органических и природных соединений* [Infrared spectroscopy of organic and natural compounds]. Saint-Petersburg, SPbSFTU, 2007. 54 p.
46. Batsanov S.S. [Atomic Radiuses of the Elements]. *Russ. J. Inorg. Chem.*, 1991, vol. 36, no. 12, pp. 3015–3037. (in Russ.)

Received 23 March 2020

---

### ОБРАЗЕЦ ЦИТИРОВАНИЯ

Ефремов, А.Н. Синтез и строение пентафторпропионата тетрафенилсурьмы  $\text{Ph}_4\text{SbOC(O)CF}_2\text{CF}_3$  / А.Н. Ефремов // Вестник ЮУрГУ. Серия «Химия». – 2020. – Т. 12, № 3. – С. 67–78. DOI: 10.14529/chem200302

### FOR CITATION

Efremov A.N. Synthesis and Structure of Tetraphenylantimony Pentafluoropropionate  $\text{Ph}_4\text{SbOC(O)CF}_2\text{CF}_3$ . *Bulletin of the South Ural State University. Ser. Chemistry*. 2020, vol. 12, no. 3, pp. 67–78. (in Russ.). DOI: 10.14529/chem200302

---